

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-288863

(43)Date of publication of application : 27.10.1998

(51)Int.Cl.

G03G 9/09

G03G 9/087

(21)Application number : 09-095411

(71)Applicant : TOYO INK MFG CO LTD

(22)Date of filing : 14.04.1997

(72)Inventor : MIYAJIMA KOICHIRO
MAKI HITOSHI

(54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING YELLOW TONER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrostatic charge image developing yellow toner that hardly generates emit odor when it is used.

SOLUTION: This yellow toner is prepared by kneading a disazo pigment with at least a binder resin and controlling a content of amines to ≤ 20 ppm. The disazo pigment is prepared by causing a tetrazopbenzidine solution to react with a coupler solution containing a stoichiometrically excessive amount of acetoanilides to the benzidines and adding a hypoiodite to the obtained disazo pigment slurry to decompose the excess of acetoanilides into an NH₃ gas and water-soluble organic matter and to reduce amounts of acetoanilides in the pigment and aromatic amines derived from acetoanilides.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 01.04.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 28.10.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P) (12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開平10-28863
(43) 公開日 平成10年(1998)10月27日

(3) Int.Cl. ⁸ G 0 3 G 9/08 9/087		識別記号 F I G 0 3 G 9/08 3 6 1 3 8 1
(21) 出願番号 特願平9-85411	(71) 出願人 000222118 東洋インキ製造株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番3号	(72) 発明者 宮 嶋 浩一郎 東京都中央区京橋二丁目3番3号 東洋インキ製造株式会社内
(22) 出願日 平成9年(1997)4月14日	(72) 発明者 牧 均 東京都中央区京橋二丁目3番3号 東洋インキ製造株式会社内	(72) 発明者 牧 均 東京都中央区京橋二丁目3番3号 東洋インキ製造株式会社内
審査請求 未請求 請求項の数8 OL (全 8 頁)		

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用イエロートナー	(57) 【要約】 (修正有) 【課題】 使用時に臭気を生じ難い静電荷像現像用イエロートナーを提供する。 【解決手段】 ジスアゾ顔料(1)と、少なくとも結着樹脂とを溶融混練して成り、アミン類の含有量が20 ppm以下であることを特徴とする静電荷像現像用イエロートナー。ジスアゾ顔料(1)は、ベンジジン類のテトラゾ溶液と、該ベンジジン類に対して化学量論的に過剰のアセトアセトアニリド類を含むカフアレー酸とをカフアリゾ反応させて得られるジスアゾ顔料スラリーに、次亜ヨウ素酸塩を添加し、過剰のアセトアセトアニリド類をNH ₃ ガスと水溶性の有機物に分解処理することによって顔料中のアセトアセトアニリド類及び該アセトアセトアニリド類に由来する芳香族アミン類を低減せしめたものである。
-----------------------------	--

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ジスアゾ顔料(1)と、少なくとも結着樹脂とを溶融混練して成り、アミン類の含有量が20 ppm以下であることを特徴とする静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項2】 ジスアゾ顔料(1)が、ベンジジン類のテトラゾ溶液と、該ベンジジン類に対して化学量論的に過剰のアセトアセトアニリド類を含むカフアレー酸とをカフアリゾ反応させて得られるジスアゾ顔料スラリーに、次亜ヨウ素酸塩を添加し、次いでpH5.5以下に調整して、析出させたヨウ素により過剰のアセトアセトアニリド類を処理してなることを特徴とする静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項3】 ジスアゾ顔料(1)が、析出ヨウ素によって過剰のアセトアセトアニリド類を処理した後に、乾燥工程を経ずに水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる処理ジスアゾ顔料(3)であることを特徴とする請求項2記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項4】 ジスアゾ顔料(1)が、析出ヨウ素によって過剰のアセトアセトアニリド類を処理した後に、乾燥工程を経ってから水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる処理ジスアゾ顔料(4)であることを特徴とする請求項2記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項5】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と水との混合物を分散用樹脂と共に加熱混練し、水を除去した後に、結着樹脂を加え溶融混練して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項6】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と水との混合物を結着樹脂と共に加熱混練し、水を除去して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項7】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除き、乾燥した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と結着樹脂と共に加熱混練して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項8】 ジスアゾ顔料(1)～(4)の平均粒径が0.3μm以下であり、顔料粒子の長さ短径の比が3.0以下であることを特徴とする請求項1ないし7いずれか記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【発明の詳細な説明】
【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真法、静電記録法、静電印刷法における静電潜像の現像のために使用されるイエロートナーに関する。

【0002】
【従来の技術】 電子写真法としては米国特許第2,29

(2)

2

7,691号明細書、特公昭42-23910号公報等の種々の方法が知られているが、光導電性物質を用いて種々の手段により感光体上に静電潜像を形成し、潜像を現像剤で現像し、紙等の転写材にトナー粉画像を転写した後、加熱、圧力、加熱加圧あるいは溶剤蒸気などにより定着しコピーを得る。また通常残留した現像剤を除去するクリーニング工程が設けられている。静電潜像を可視化する現像方法は例えば、米国特許第2,874,063号明細書に記載されている磁気ブラジ法、同2,618,522号明細書に記載のカスケード現像法、同3,909,258号明細書に記載の導電性の磁性現像剤を用いる方法などが知られている。これらの現像法に適用する現像剤としては、従来、天然あるいは合成樹脂中に染料又は顔料を分散させた微粉末が用いられている。例えば、ポリエタレンなどの結着樹脂中に着色剤を分散させたものを1〜20μm程度に微粉砕した粒子が現像剤として使用されている。また、2成分現像剤を用いる場合には、現像剤が通常炭粉などのキヤリ粒子と混合されて用いられている。近年、このような記録方法は、一般的な競争機だけでなくコンピュータの出力などに広く利用されているため、要求される性能もより高くなり、小型化、軽量化、低エネルギー化、メンテナンスフリー化といった種々の要求がなされるようになってきた。これらの要求を満たすために、現像剤に対する要求も年々厳しくなってきた。

【0003】 ジスアゾ系顔料は、静電荷像現像用トナー(以下、トナーと略す)にはもちろん、インキ、塗料等の分野で広く使用されている有用な黄色系顔料である。係るジスアゾ顔料は、ベンジジン類のテトラゾ成分とカフアレーと呼ばれるアセトアセトアニリド類とをカフアリゾ反応させることより得られる。カフアリゾ反応は、カフアレー粒子を分散させた弱酸性の水性スラリー中にテトラゾ成分は、化学的に不安定で容易に分解や縮合する。この傾向は特にアルカリ側で顕著で直ちに分解する。強酸性下ではかなり安定であるが、この領域ではカフアリゾ反応も殆ど進行しない。このためカフアリゾ反応は、弱酸性下で且つ注入したテトラゾが直ちにすべてカフアレーと反応するような条件で行われる。

【0004】一カ、カフアレーは、アルカリ側では良く溶解するものの、カフアリゾ反応が行われる弱酸性下では溶解性がかなり悪く、大部分は固体で存在する。従って、カフアリゾ反応は、カフアレー粒子を分散させた弱酸性の水性スラリー中にテトラゾ溶液を注入する固液反応として行われる。このため、カフアレーの溶解が何らかの理由で不十分だと、高い反応率が得られないことが多い。

【0005】カフアリゾ反応の反応率は、水性スラリー中にカフアレーを微細に良く分散せしめることによって向上させることができる。カフアレー粒子の調整には

種々の工夫がなされる。例えば、アルカリ水溶液に溶解したカッザーを酸水溶液中に注入して再沈殿させて微細化したり、サンボミル等を用い機械的に碎砕して微細化する等の工夫がなされる。

【0006】カッザリソング工程の初期には溶解状態のカッザーとテトラソ成分とがカッザリソングすると考えられるが、カッザリソングとカッザーの溶解が間に合わないか、反応はカッザー粒子表面付近で起きるようになる。また、テトラソ成分の供給が速過ぎても、あるいはテトラソ成分とカッザーとのカッザリソング反応が速過ぎる場合にも同様の現象が起きる。このような現象が起きると生成した顔料がカッザー粒子表面に残り、カッザーの溶解を妨げたりカッザリソング反応を妨げたりする。カッザリソング反応の末期にはこのように顔料に被覆され、カッザリソングできないカッザーが残る、反応率を低下せると考えられる。そこで、反応率の向上を図るべく上記したようにカッザーを微細化する他、カッザーに対してテトラソ成分を化学量論的に近づけてテトラソ成分をゆっくり注入したり、顔料に被覆されたカッザー粒子を機械的方法や溶剤を添加する等の方法によって強制的に溶解させたり等種々の方法が提案されているが、これらの方法では十分に反応率を向上することが難しく、生成する顔料中に未反応のカッザーが残留しやすい。あるいは十分な反応率を確保するためには長時間を要したり、かなりの費用がかかったりし、生産性の点で満足できるものではなかった。

【0007】また、テトラソ成分とカッザー成分とを化学量論量に近づけたテトラソ成分をゆっくり注入せしめることによってもカッザー成分の残留量を低減せしめることが可能であることは前述した次第であるが、この場合はテトラソ成分が逆に色相を汚し、係る顔料を十分に由来する分解物が顔料の色相を汚し、係る顔料を用いると印刷物等の鮮明性を著しく低下させるという問題点があった。

【0008】残留カッザー、即ち残留アセトアセトアニリド類を低減する方法としては、カッザリソング反応終了後の顔料スラリーにアルカリを添加して残留アセトアセトアニリド類を溶解せしめ、顔料の濾過時に過剰のアセトアセトアニリド類を濾過液とともに除去する方法があるが、過剰のアセトアセトアニリド類は顔料粒子中に吸蔵される傾向があり、残留アセトアセトアニリド類を十分に除去することは困難であった。

【0009】トナーは、一般的な塗料・インキとは異なり、その製造時にかなりの高温で顔料を分散することを必須とするものである。具体的には、一般に顔料等の着色剤と結着樹脂とを溶解・混練、冷却、乾燥、必要に応じて分級してなるものであるが、従来からジスアノ顔料の溶解・混練時に不伏臭を生ずることがあった。また、電子写真法は、感光体等上の静电潜像にトナーを付着せしめ、可視化した像を紙等の被転写材上に転写後加

熱して転写像を定着せしめ、画像・文字情報を得るといふものであるが、係る実際の使用に際しても不伏臭を生じることがあり、不伏臭の発生の抑制・防止が望まれる。

【0010】
【発明が解決しようとする課題】本発明は、使用時に臭気を生じ難い静电荷像現像用イエロートナーを提供することを目的とする。

【0011】
【課題を解決するための手段】本発明者らは、ジスアノ系顔料を含有するイエロートナーを使用する際に生じる臭気について鋭意検討した結果、係る臭気の原因が使用するジスアノ系顔料中の残留カッザーが溶解・混練時又はトナー定着時の熱によって一部分解し、不伏臭を伴う芳香族アミン類に変化することを見出し、残留カッザー一併う及び残留カッザーに由来する芳香族アミン類を低減せしめたジスアノ系顔料を使用することによって本発明に到達したものである。

【0012】即ち、第1の発明は、ジスアノ顔料(1)と、少なくとも結着樹脂とを溶解・混練して成り、アミン類の含有量が20ppm以下であることを特徴とする静电荷像現像用イエロートナーである。

【0013】第2の発明は、ジスアノ顔料(1)が、ベンジジン類のテトラソ溶液と、該ベンジジン類に対して化学量論的に過剰のアセトアセトアニリド類を含むカッザー液とをカッザリソング反応させて得られるジスアノ顔料スラリーに、次亜ヨウ素酸塩を添加し、次いでpH5.5以下に調整して、析出させたヨウ素により過剰のアセトアセトアニリド類を処理してなることを特徴とする第1の発明記載の静电荷像現像用イエロートナーである。

【0014】第3の発明は、ジスアノ顔料(1)が、析出ヨウ素によって過剰のアセトアセトアニリド類を処理した後に、乾燥工程を経ずに水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる処理ジスアノ顔料(3)であることを特徴とする第2の発明記載の静电荷像現像用イエロートナーである。

【0015】第4の発明は、ジスアノ顔料(1)が、析出ヨウ素によって過剰のアセトアセトアニリド類を処理した後に、乾燥工程を経ってから水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる処理ジスアノ顔料(4)であることを特徴とする第2の発明記載の静电荷像現像用イエロートナーである。

【0016】第5の発明は、該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアノ顔料(3)又は(4)と水との混合物を分散用樹脂と共に加熱・混練し、水を除去した後に、結着樹脂を加え溶解・混練して成ることを特徴とする第3の発明又は第4の発明記載の静电荷像現像

用イエロートナーである。

【0017】第6の発明は、該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアノ顔料(3)又は(4)と水との混合物を結着樹脂と共に加熱・混練し、水を除去して成ることを特徴とする第3の発明又は第4の発明記載の静电荷像現像用イエロートナーである。

【0018】第7の発明は、該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去、乾燥した後、ジスアノ顔料(3)又は(4)と結着樹脂と共に加熱・混練して成ることを特徴とする第3の発明又は第4の発明記載の静电荷像現像用イエロートナーである。

【0019】第8の発明は、ジスアノ顔料(1)の平均粒径が0.3μm以下であり、顔料粒子の長径と短径の比が3.0以下であることを特徴とする第1の発明ないし第7の発明いずれも記載の静电荷像現像用イエロートナーである。

【0020】
【発明の実施の形態】本発明に用いるジスアノ顔料

(1)は、ベンジジン類のテトラソ溶液と、該ベンジジン類に対して化学量論的に過剰のアセトアセトアニリド類を含むカッザー液とをカッザリソング反応させて得られるジスアノ顔料スラリーに、次亜ヨウ素酸塩を添加し、次いでpH5.5以下に調整して、析出させたヨウ素により過剰のアセトアセトアニリド類をNH₃ガスと水溶性の有機物に分解処理することによって顔料中のアセトアセトアニリド類及び該アセトアセトアニリド類に由来する芳香族アミン類を低減せしめたものである。

【0021】本発明においてテトラソ成分として用いられるベンジジン類としては、3,3'-ジクロロベンジジン、3,3'-ジメトキシベンジジン等が挙げられる。

【0022】本発明においてカッザーとして用いられるアセトアセトアニリド類としては、アセトアセトアニリド、アセトアセト-ortho-トルイジド、アセトアセト-m-キシリジド、アセトアセト-p-アニジド、アセトアセト-2,5-ジメトキシアニリド、アセトアセト-p-アニジド、アセトアセト-2,5-ジメトキシ-4-クロロアニリド、アセトアセト-p-クロロアニリド等が挙げられる。

【0023】カッザリソング方法は従来公知の方法よく、上記のカッザーをテトラソ成分に対して化学量論的に過剰量用いる。例えば、1.5モル%までの範囲で過剰量使用することが好ましい。

【0024】カッザリソングさせて得られたジスアノ顔料スラリーに、次亜ヨウ素酸塩水溶液を添加後、pH5.5以下、好ましくはpH3.8～5.0にし、加熱する。次亜ヨウ素酸塩水溶液は、ヨウ素とアルカリ物質、特にアルカリ金属水酸化物を水中で反応させて得ることができ、この時のヨウ素の量は顔料の0.1～2.0重量%、好ましくは1～1.0重量%である。アルカリ金属

水酸化物としては例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等がある。アルカリ金属水酸化物の量はヨウ素の2～5.0倍モル、好ましくは3～1.0倍モルが好ましい。加熱時間は特に限定されないが、25～100℃、好ましくは30～90℃である。加熱時間は30分ないし2時間が好ましい。

【0025】以上のように、始めヨウ素を次亜ヨウ素酸塩水溶液に変え、その後酸化性にしてヨウ素を析出させる目的は、ジスアノ顔料スラリー中の残留カッザーおよびその分解物、特に芳香族アミン類に対して、より効果的にヨウ素を作用させるためである。ヨウ素は水に対する溶解度がいさはいりである、その市販品は粗大板状結晶であるため溶解速度が一段低減する。一方、本発明による再析出ヨウ素は、市販品の10～4倍程度の微粒子となり、溶解速度が非常に増大する。尚、単なるアルカリによる処理に比して、再析出ヨウ素による処理は、ヨウ素が顔料粒子内部に浸透しやすいため顔料粒子内部に取り込まれたカッザーをより効果的に処理し、芳香族アミン類の含有量を低減し得たものと考えられる。

【0026】ヨウ素から次亜ヨウ素酸塩へ変化させる際に用いるアルカリ金属水酸化物の量は、常温でヨウ素の2倍モル以上必要である。また、次亜ヨウ素酸塩からヨウ素への変化は、pH5.5～5.0から始まり、pH4.0～3.5で完結する。再析出したヨウ素による処理を終えた顔料スラリーを、濾過水洗することによって処理で生じたカッザー由来の水溶性の有機物を除去し、本発明で使用するジスアノ顔料(1)を得ることができる。

【0027】係るジスアノ顔料(1)は、アミン類の含有量が12.5ppm以下であることが好ましく、5.0ppm以下であることがさらに好ましい。尚、本発明におけるアミン類とは、カッザーであるアセトアセトアニリド類、及び該アセトアセトアニリド類の分解物である。

【0028】本発明においては、再析出したヨウ素による処理をし濾過水洗後、乾燥しない状態のジスアノ顔料に、又は一度乾燥せしめてなるジスアノ顔料に、水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる、いわゆるソルトミミソングしてなる微細化処理ジスアノ顔料(3)を用いることもできる。

【0029】ソルトミミソングとは、無機塩を溶解・助剤とし、水溶性の溶剤を用い、有機顔料の一次粒子を機械的に細かくする方法をい、具体的には、有機顔料と水溶性の無機塩の混合物に少量の水溶性溶剤を加え、ニーダー等で強く練り込んだ後、混練液を水中に投入し水溶性の無機塩及び水溶性の溶剤を溶解させスラリー状とし、次に、このスラリーの濾過、水洗をくりかえして無機塩と溶剤を除去して顔料を微細化する方法である。

【0030】ソルトミミソング処理に用いられる水溶性の

(5)

無機塩としては、食塩、塩化カリウム、芒硝等が挙げられる。水溶性の無機塩の使用量は、水溶性の溶剤に対して重量比で2～20倍、より好ましくは3～10倍である。

【0031】本発明においてソルトミリング処理に用いられる水溶性の溶剤は、水溶性であれば特に限定されないが、溶剤が蒸発し難いようにするために高沸点の溶剤を用いることが好ましい。水溶性の溶剤は結晶剤、結晶防止効果のために加えるものである。例として、2-（メトキシメトキシ）エタノール、2-メトキシエタノール、2-（イソペンチルオキシ）エタノール、2-（ヘキシルオキシ）エタノール、ジエチレングリコール、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノプロピルエーテル、トリエチレングリコール、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、液体ポリエチレングリコール、1-メトキシ-2-プロパノール、1-エトキシ-2-プロパノール、1-エトキシ-2-プロピノール、ジプロピレングリコール、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、低分子量ポリプロピレングリコール等が用いられる。水溶性の溶剤の使用量は、処理するジスアノ顔料に対して、重量比で2～10倍が好ましい。

【0032】上記化合物の他に、ソルトミリング時に分散剤、可塑剤等の添加物を併用しても良く、また2種以上の顔料を混合して処理しても良い。

【0033】本発明においては、上記のようなソルトミリング処理をおこなったジスアノ系顔料（3）又は（4）は、常法に従い流通、水洗をくりかえして無機塩と溶剤を除去した後、乾燥せしめた状態で後述する結着樹脂と溶融混練しても良い、あるいは無機塩と溶剤を除去した後乾燥せずにジスアノ系顔料（3）又は（4）と水との混合物を結着樹脂と一緒に溶融混練しても良いし、あるいは無機塩と溶剤を除去した後乾燥せずにジスアノ系顔料（3）又は（4）と水との混合物を分散用樹脂と一緒に機械的剪断力を加えて混練し、ジスアノ系顔料（3）又は（4）を分散用樹脂に移行させ、ジスアノ系顔料（3）又は（4）の表面を分散用樹脂で被覆してから、水を除去し樹脂分散型ジスアノ系顔料を得、係る樹脂分散型ジスアノ系顔料を結着樹脂と溶融混練してトナーを得ることもでき、顔料が凝集し難いという点で第3の方法が最も好ましい。

【0034】上記第3の方法の場合に用いられる分散用の樹脂としては、後述する結着樹脂と同様のものを用いても良いし、別系統の樹脂を用いても良い。結着樹脂と別系統の樹脂を用いる場合には、顔料を高分散させるべく結着樹脂と相溶性が高い樹脂を用いることが好ましく、例えばポリエスチル系、スチレンアクリル系、エポキシ系の樹脂を挙げることができる。係る方法は、分

8

散用の樹脂とソルトミリング処理有機顔料との親和性を確保すべく加熱下で行うことが好ましい。係る工程には有機溶剤を使用することも可能であるが、有機溶剤と併用するのであれば、溶剤が蒸発し難いようにするために加熱温度を使用する有機溶剤の沸点以下にすることが好ましい。熱によって溶剤が蒸発してしまうと顔料微粒子が凝集してしまい透明性、発色性が悪くなるからである。但し、有機溶剤回収工程を必要とせず、エネルギーコスト及び環境保全の面からは水のみを使用する方が好ましい。

【0035】なお、ジスアノ系顔料（3）又は（4）と水との混合物を分散用樹脂と一緒に機械的剪断力を加えて混練する工程においては、フラクシニン顔料誘導体、高分子型分散剤等が分散助剤を添加してもよい。

【0036】本発明において機械的剪断力を加える装置としては、ニーダー、加圧ニーダー、3本ローラー、エクストルuder及びびんジュエルミキサーに代表される高速回転する攪拌羽根等を複数具備する混合・混練ミキサーなどを挙げることができる。

【0037】また、本発明においてジスアノ系顔料（3）又は（4）と水との混合物を分散用樹脂と一緒に機械的剪断力を加えて混練した後、水を除去する方法としては、一般的な乾燥方法の他、必要ならば3本ローラー等を用いても良い。

【0038】上記したような種々の方法で得、本発明において用いられるジスアノ顔料の平均粒径は0.3μm以下であることが好ましく、さらに0.2μm以下であることが好ましい。係る顔料を使用したトナーはOHPシート上で透明性及び鮮明性に優れた画像を形成し得る。また、顔料粒子の長径と短径の比、いわゆるアスペクト比は3.0以下であることが好ましい。本発明で使用するジスアノ系顔料のアスペクト比は3.0以下が好ましくは、さらに好ましくは2.0以下である。アスペクト比が3.0より大きいと、顔料が針状であるためトナー表面から露出しやすく、外部環境の影響を受け易くなるため、帯電量の環境特性が悪化する。

【0039】本発明の静電荷像現用イエロートナーは、少なくとも結着樹脂と上述のジスアノ顔料とを含有するものであり、結着樹脂とジスアノ顔料とを予備混合したのちエクストルuderで溶融混練し、粉砕、分級していわゆる母体トナー粒子を得、係る母体トナー粒子に更に必要に応じて外添剤を混合して得ることができる。本発明の静電荷像現用イエロートナー用の母体トナー中には、ジスアノ顔料を1～10重量%含有していることが好ましい。上記の範囲より少ないと画像濃度が低下し、多いと帯電性が低下し、カブリの原因となる。また、上記母体トナー粒子には例えばサリチル酸誘導体の金属塩、高分子型の4級アミノニウム塩等の公知の帯電制御剤を含有させてもよく、外添剤としては疎水化処理した金属硫化物等や他の公知の添加物を用いることがで

9

きる。

【0040】本発明において用いられる結着樹脂としては、定着性が良好な非線状樹脂、例えばポリエスチル系、アクリル系、スチレンアクリル系、エポキシ系等が挙げられる。特に好ましくはポリエスチル系樹脂で、ジオール成分にビスフェノールA-アルキレンオキシサイド付加物に代表されるビスフェノール誘導体またはその置換体を単独で用いるか、あるいは脂肪族ジアルコールと併用して用い、これらのジオール成分と2価以上のカルボキシル酸、例えばフタル酸、テレフタル酸、トリメリック酸等のカルボキシル酸成分とを、縮合又は共縮合したものが好適に用いられる。

【0041】

【実施例】以下実施例に基づいて本発明を説明する。例中部または%とあるのは、重量部または重量%を示す。
【合成例1】水600部に3.5%塩酸30部と3,3'-ジクロロベンジジン2.5.3部を加え、続いて、亜硝酸ナトリウム1.3.8部を加えてテトラソル化してテトラソルを得た。一方、水3000部に水酸化ナトリウム17部とアセトアセトームキシリジド42.0部を30℃で仕込みカプラーのアルカリ溶液とした。水600部に8.0%酢酸22部を加えた後、先のカプラーのアルカリ溶液を滴下し、カプラーを攪拌して下置液を調整し、この下置液にテトラソル溶液を液面下から注入してカッティングさせた。得られた顔料スラリーに、ヨウ素3部、水酸化ナトリウム2部、水40部を混合して生成する次亜ヨウ素酸ナトリウム溶液を添加後、塩酸を用いてpH4.0とし、80℃に加熱した。60分間放置後、このスラリーを濾過、水洗および乾燥し、顔料とした。

【0042】【合成例2】アセトアセトームキシリジドを使用する以外は合成例1と同様にしてカッティング反応させ、ヨウ素2部、水酸化ナトリウム2部、水30部を混合して生成する次亜ヨウ素酸ナトリウム溶液を添加後、塩酸を用いてpH3.8とし、80℃に加熱した。90分間放置後、このスラリーを濾過、水洗および乾燥してジスアノ系顔料（C.1.ビグメントイエロー17）を得た。

【0043】【合成例4】アセトアセトームキシリジドを使用する以外は合成例1と同様にしてカッティング反応させ、ヨウ素2部、水酸化ナトリウム2部、水30部を混合して生成する次亜ヨウ素酸ナトリウム溶液を添加後、塩酸を用いてpH3.8とし、80℃に加熱した。90分間放置後、このスラリーを濾過、水洗及び乾燥し、顔料とした。

【0044】【比較合成例1】合成例1においてカッティング後、顔料スラリーを90℃に加熱し、60分間放置後、このスラリーを濾過、水洗及び乾燥し、顔料とした。

【0045】【比較合成例2】合成例2においてカッティング後、顔料スラリーを90℃に加熱し、60分間放置後、このスラリーを濾過、水洗及び乾燥し、顔料とした。

【0046】【比較合成例3】合成例4においてカッティング後、顔料スラリーを80℃に加熱し、90分間放置後、このスラリーを濾過、水洗及び乾燥し、顔料とした。

【0047】

【実施例1】

非線状ポリエスチル樹脂

合成例1の顔料（C.1.ビグメントイエロー13）

8部

100部

ヘンシェルミキサー（三井鉱山（株）製）で上記原料を混合し、エクストルuderで溶融混練し、粉砕、分級してイエロートナー粒子を得た。得られたイエロートナー粒子の体積平均粒径をコールタウカンター（TAA-1）で求めたところ8.5μmであった。上記イエロートナー粒子に対して疎水化処理したアナターゼ型酸化チタン微粒子を0.6%添加し、イエロートナーとした。

【0048】【実施例2～3】合成例2～3の顔料をそれぞれ1と同様にして使用し、イエロートナーをそれぞれ、塩化ナトリウム：1000部、およびジエチレング

(6)

10

* 加後、塩酸を用いてpH3.6とし、90℃に加熱した。60分間放置後、このスラリーを濾過、水洗および乾燥してジスアノ系顔料（C.1.ビグメントイエロー14）を得た。

【合成例1】アセトアセトームキシリジドを5.7.0部使用する以外は合成例1と同様にしてカッティング反応させ、ヨウ素8部、水酸化ナトリウム6部、水120部を混合して生成する次亜ヨウ素酸ナトリウム溶液を添加後、塩酸を用いてpH4.0とし、70℃に加熱した。60分間放置後、このスラリーを濾過、水洗および乾燥してジスアノ系顔料（C.1.ビグメントイエロー83）を得た。

【0043】【合成例4】アセトアセトームキシリジドを使用する以外は合成例1と同様にしてカッティング反応させ、ヨウ素2部、水酸化ナトリウム2部、水30部を混合して生成する次亜ヨウ素酸ナトリウム溶液を添加後、塩酸を用いてpH3.8とし、80℃に加熱した。90分間放置後、このスラリーを濾過、水洗および乾燥してジスアノ系顔料（C.1.ビグメントイエロー17）を得た。

【0044】【比較合成例1】合成例1においてカッティング後、顔料スラリーを90℃に加熱し、60分間放置後、このスラリーを濾過、水洗及び乾燥し、顔料とした。

【0045】【比較合成例2】合成例2においてカッティング後、顔料スラリーを90℃に加熱し、60分間放置後、このスラリーを濾過、水洗及び乾燥し、顔料とした。

【0046】【比較合成例3】合成例4においてカッティング後、顔料スラリーを80℃に加熱し、90分間放置後、このスラリーを濾過、水洗及び乾燥し、顔料とした。

【0047】

【0048】

【0049】

【0050】

【0051】

【0052】

【0053】

【0054】

【0055】

【0056】

【0057】

【0058】

【0059】

【0060】

【0061】

【0062】

【0063】

【0064】

【0065】

【0066】

【0067】

【0068】

【0069】

【0070】

【0071】

【0072】

【0073】

【0074】

【0075】

【0076】

【0077】

【0078】

【0079】

【0080】

【0081】

【0082】

【0083】

【0084】

【0085】

【0086】

【0087】

【0088】

【0089】

【0090】

【0091】

【0092】

【0093】

【0094】

【0095】

【0096】

【0097】

【0098】

【0099】

【0100】

【0101】

【0102】

【0103】

【0104】

【0105】

【0106】

【0107】

【0108】

【0109】

【0110】

【0111】

【0112】

【0113】

【0114】

【0115】

【0116】

【0117】

【0118】

【0119】

【0120】

【0121】

【0122】

【0123】

【0124】

【0125】

【0126】

【0127】

【0128】

【0129】

【0130】

【0131】

【0132】

【0133】

【0134】

【0135】

【0136】

【0137】

【0138】

【0139】

【0140】

【0141】

【0142】

【0143】

【0144】

【0145】

【0146】

【0147】

【0148】

【0149】

【0150】

【0151】

【0152】

【0153】

【0154】

【0155】

【0156】

【0157】

【0158】

【0159】

【0160】

【0161】

【0162】

【0163】

【0164】

【0165】

【0166】

【0167】

【0168】

【0169】

【0170】

【0171】

【0172】

【0173】

【0174】

【0175】

【0176】

【0177】

【0178】

【0179】

【0180】

【0181】

【0182】

【0183】

【0184】

【0185】

【0186】

【0187】

【0188】

【0189】

【0190】

【0191】

【0192】

【0193】

【0194】

【0195】

【0196】

【0197】

【0198】

【0199】

【0200】

【0201】

【0202】

【0203】

【0204】

【0205】

【0206】

【0207】

【0208】

【0209】

【0210】

【0211】

【0212】

【0213】

【0214】

【0215】

【0216】

【0217】

【0218】

【0219】

【0220】

【0221】

【0222】

【0223】

【0224】

【0225】

【0226】

【0227】

【0228】

【0229】

【0230】

【0231】

【0232】

【0233】

【0234】

【0235】

【0236】

【0237】

【0238】

【0239】

【0240】

【0241】

【0242】

【0243】

【0244】

【0245】

【0246】

【0247】

【0248】

【0249】

